滑面粘土 FIB-SEM 分析[1]

赵宇[1*]，胡良博[2*]，蒋宇[1,3] 唐俊峰[4] 黄栋[1] 薛华庆[5] 周尚文[5]

1. 中国科学院、水利部成都山地灾害与环境研究所，四川 成都 610041；
2. 托莱多大学土木工程系，美国 托莱多，OH 43606;
3. 中国科学院大学，北京 100049；
4. 日本埼玉大学土木与环境工程系，日本 埼玉，3388570
5. 中国石油勘探开发研究院廊坊分院，河北 廊坊 102801

（通讯作者：赵宇，Email：zhaoyu@imde.ac.cn； 胡良博，Email：Liangbo.Hu@utoledo.edu ）

摘要：本文通过原位分析计算，获得滑面、邻近面特征粘土矿物种类及其相对含量、矿物粒径及孔隙率，实验以清晰可靠的物理图像和测试数据揭示滑面、邻近面矿物成分、结构的空间分布特征和差异，从而揭示土质斜坡破坏、滑面强度降低的物理路径和机制。实验采取新鲜未经后期风化滑带土，用 AMICSCAN 矿物分析电镜集高分辨场发射扫描电镜、最新一代（第三代）的矿物自动分析软件 AMICS（Automatic Mineral Identification and Characterization System，分辨率可达 0.5μm 像素）和超大面积高分辨成像软件为一体的矿物分析和结构分析系统，依据矿物原子比例的唯一性，在识别矿物种类及其分布情况。其次，利用 FEI 公司的 Helios NanoLab-650 聚焦电子束扫描电镜（FIB-SEM）并结合 X 射线能谱仪(EDS)/以电镜的高分辨率背散射电子二维图像与能谱仪测得的特征谱相结合，借助 Avizo Fire 软件基于能谱的点、线元素扫描图像和每间隔一微米扫描得出 500 帧聚焦电子束扫描电镜图像结合，可视化重建并计算滑带土的孔隙空间三维分布状态，并通过体积比近似折算成含量比，为揭示滑面形成路径和机理提供真实、准确可靠的证据。实验显示：1）微米尺度上，滑面、邻近面之间可见明显的分界，滑面厚度不均匀，在 10 纳米分辨率的背散射图像上，滑面结构致密孔隙小且较难分辨；2） 宽 17 微米，高 19 微米的立方体扫描切割 3 维立体滑带土样中，滑面部分孔隙率 0.0331，邻近面部分孔隙率 0.0754，邻近面孔隙率约为滑面的 2.3 倍；3）能谱仪特征谱图像和数据显示，滑面上蒙脱石特征元素 Na、Ca、Mg 峰明显，并且在分界线附近出现跳水式的陡降，证明滑面上蒙脱石富集，而邻近面却未检出蒙脱石；4）邻近面伊利石特征元素 K 高于滑面，即邻近面伊利石含量明显高于滑面。实验用清晰的物理图

*本文系国家自然科学基金面上项目“滑面强度微-宏观多尺度实验研究”（项目号：41671116）的研究成果之一

像和准确的能谱数据证实：滑面、邻近面存在矿物成分和结构的显著差异，滑面孔隙率低有可能是因为滑面上覆土体压力造成的。本文首次以原位实验的方法揭示滑面、邻近面矿物成分、孔隙率和结晶度及粒度空间差异，为揭示滑面演化路径提供了可靠的依据，为最终建立滑面、土体跨尺度演化模型，我们需要进行更多的滑面、邻近面成分结构差异、宏观强度、微纳尺度结构对比分析、以及矿物演化动力学过程分析。

关键词：滑面；聚焦离子束扫描电镜（FIB-SEM）；矿物分析；结构重建；微观孔隙率

FIB-SEM analysis of clay in sliding surface

Yu Zhao[1*], Liangbo Hu[2*], Yu Jiang[1, 3], Junfeng Tang[4], Dong Huang[1], Huaqing Xue[5], ShangWen Zhou[5]

1. Institute of Mountain Hazards and Environment, Chinese Academy of Sciences, Chengdu 610041, China;
2. Department of Civil Engineering University of Toledo，Toledo, OH 43606, USA;
3. University of Chinese Academy of Science, Beijing 100049, China
4. Department of Civil and Environmental Engineering, Saitama University, Saitama City, 3388570, Japan
5. China petroleum exploration and development research institute langfang branch，Langfang 102801，China）

(Corresponding Author, Yu Zhao, Email：zhaoyu@imde.ac.cn; Liangbo Hu Email: Liangbo.Hu@utoledo.edu)

Abstract: Based on the in situ analysis and calculation, get the sliding surface and near surface characteristics of clay mineral species and their relative content, mineral particle size and porosity, the experiment by clear physical picture and reliable test data to reveal sliding surface and near surface on the spatial distribution of the mineral composition, structure, characteristics and differences, so as to reveal the soil slope failure, the decrease of strength of sliding surface physical path and mechanism. Experiments adopt fresh late without weathering, sliding zone with AMICSCAN Mineral analysis of electron microscope set high resolution field emission scanning electron microscopy (SEM), the latest generation (third generation) Mineral AMICS Automatic analysis software (Automatic Mineral Identification and Characterization System, resolution can reach 0.5 mu m pixels) and large area of high resolution imaging software for the integration of Mineral analysis and structure analysis System, based on the uniqueness of Mineral atom ratio, species and distribution in the Identification of Mineral.Second, the use of FEI company Helios NanoLab - 650 focus on electron beam scanning electron microscopy (FIB - SEM) combined with X-ray spectrometer (EDS)/by electron microscopy, high resolution backscattered electron

two-dimensional images and spectrometer combined the characteristics of the measured spectrum, with the aid of Avizo software Fire element based on the energy spectrum of dot, line scan images and intervals of a micron scan 500 focused electron beam scanning electron microscopy (SEM) images, the visual reconstruction and calculate the three-dimensional pore space distribution state of sliding zone, and through the volume ratio than approximate convert content,It provides real, accurate and reliable evidence to reveal the formation path and mechanism of slip surface.The experimental results show that: 1) on the micron scale, obvious boundaries can be seen between the sliding surface and adjacent surfaces, and the thickness of the sliding surface is not uniform. In the backscattering image with a resolution of 10 nanometers, the structure of the sliding surface is compact with small pores and difficult to distinguish.2) in the three-dimensional sliding zone soil samples scanned and cut by cubes 17 microns wide and 19 microns high, the porosity of the sliding surface is 0.0331 and that of the adjacent surface is 0.0754. The porosity of the adjacent surface is about 2.3 times that of the sliding surface.3) the characteristic spectrum images and data of the energy spectrometer showed that the characteristic elements Na, Ca and Mg of montmorillonite on the sliding surface had obvious peaks, and there was a steep diving drop near the boundary line, indicating that montmorillonite was enriched on the sliding surface, while no montmorillonite was detected on the adjacent surface;4) the characteristic element K of illite in the adjacent surface is higher than that in the sliding surface, that is, the content of illite in the adjacent surface is significantly higher than that in the sliding surface.Clear physical images and accurate energy spectrum data were used to confirm that there were significant differences in mineral composition and structure between the sliding surface and the adjacent surface, and the low porosity of the sliding surface might be caused by the pressure of the overlying soil.This paper for the first time with in situ experimental method to reveal sliding surface and near surface mineral composition, porosity and crystallinity and granularity space differences, to reveal the sliding surface evolution path, provides the reliable basis for the final sliding surface, soil across scales evolution model is set up, we need to be more the sliding surface, the difference of adjacent surface composition structure, the strength of macro, micro scale structure analysis, dynamics analysis and mineral evolution.

Key Words: Sliding surface; FIB-SEM; Structure Reconstruction; Mineral Analysis; Microporosity

1 引言

滑坡的发生是一个黑箱过程，迄今为止，滑坡的稳定性进行分析和评价，仍然只能利用现有的唯像强度理论如库伦-摩尔强度理论和准则，对滑面强度进行事后诸葛亮式的推演和反算。

同时，在岩土工程领域，土体变形、破坏也广泛采用基于连续介质力学假设的一系列弹、塑性理论模型和破坏准则，如库伦-摩尔破坏准则、Duncan 模型，剑桥模型等，这类通过对实验数据进行唯象分析而建立的模型，虽然在工程实践中发挥过较大的作用，但是由于无法体现岩土微细观结构的不连续性、非均匀等特征，因此无法解释复杂条件下岩土强度演化的机理，也无法完成复杂条件下对岩土强度的分析计算和预测。

土体力学性质与其所含矿物成分的关系密切，某些粘土矿物即使含量极少，也会显著的影响粘土材料的性质。如含有少量（5 %）蒙脱石的粘土与另一种不含蒙脱石但其它成分完全相同的粘土，其性质会明显不同。此外，粘土矿物的自然含水量、含水状态和交换性阳离子类型也对其性质影响很大。如同为蒙脱石，但是钠蒙脱石和钙蒙脱石的性质也相差甚远[1]。

岩土是纳微观非均质颗粒材料，它的破坏机理和形式复杂多样。其性能和强度取决于粘土晶体的结构、排列和运动。这些结构包括原子结构、晶格结构、晶粒结构、矿物颗粒集合体、宏观的粘土和岩石单元等五个尺度和层次[2-3]。岩土的破坏必须跨过这些尺度和层次，其破坏规律应该是这些不同层次上物理规律相互耦合的最终体现，所以岩土的破坏行为应该用跨尺度的方法进行研究。

土质滑坡滑面强度演化形成的过程就是在一定条件下斜坡土体跨尺度破坏问题，它系统而深刻的揭示出自然环境下岩土变形破坏的规律。滑面强度演化研究的价值不仅在滑坡灾害领域，也为岩土在特殊复杂环境下的工程力学特性研究提供了一个绝佳的平台。

1.1 滑面跨尺度研究现状

粘土矿物在滑面的富集已被许多定量研究所证实，易滑地层内粘土矿物和蒙脱石含量往往高于非易滑地层，滑面蒙脱石富集及伊利石风化成具有膨胀性的伊利石-蒙脱石混层矿物有关[4-6]。另外，作者对含不同交换性阳离子的蒙脱石模拟分析，显示钠、钾、钙蒙脱石其弹性强度差别明显[7]。矿物的风化，尤其是粘土矿物的风化会降低土体的强度并引起滑坡。蒙脱石或伊利石/蒙脱石混层矿物以及蒙脱石有效含量的增加是滑坡形成的普遍刺激因素[8-10]，甚至会明显影响黄土 C、φ 值，进而改变黄土斜坡的滑塌形式[11]。

Skempton 根据试验资料绘出了粘粒(<0.002 mm)含量与有效残余内摩擦角的

关系曲线，并指出滑带土残余强度是剪切作用导致扁平状粘土颗粒定向排列产生的[12]。周平根等统计得出宝塔滑坡的残余强度参数与塑性指数、粘粒含量的关系[13]。Morgenstern 通过对高岭土微观组构的研究，发现剪切引起的滑动带土微观结构变化的复杂性[14]。杨和平，曲永新等将蒙脱石绝对含量，混层比及表面积这些与微结构和成分相关的量作为滑坡发生区域岩土成分特征和膨胀势高低的定量判别指标，为了解宏观和微观的关系提供了一些线索[15]。徐则民等从微观-细观-宏观三个层次讨论了岩体化学风化的非连续性[16]。严春杰等利用扫描电子显微镜和 X-射线衍射仪，对三峡库区和黄河小浪底等 40 个滑坡滑带土的微结构和物质组合进行了研究，并将其与滑坡的活动次数、活动阶段和形成机理相联系[6]。B．P Wen & A． Aydin 利用光学显微镜和反向散射电镜对某自然滑坡滑带土的微观结构进行了综合研究，发现孔隙度、扁平粘土颗粒含量及颗粒排列特征的变化是反映滑带土力学特性变化的 3 个重要指标[17]。Bai X.对某自然滑带土的微观结构进行了全面系统的研究[18]。张显测试了一定含水量下粘土含量与强度的关系，证明粘土的强度与其粘土类型、成分和含水量关系密切[19]。赵宇借助电子探针、X 射线衍射、红外、扫描电镜、直剪试验、高压釜等现代研究手段计算分析了酸雨作用下，三峡库区典型滑坡滑面、邻近面粘土矿物成分差异及其半定量分子式、推测滑面可能演化路径和滑坡发生机理，建立了初步的化学-塑形力学模型，并借助化学力学耦合跨尺度方法对滑面强度演化过程进行了初步分析[4, 20-21]。

1.2 土体微结构研究现状

在土体微结构力学领域，自 Terzaghi1925 年首先提出土的蜂窝状结构，指出在评价粘土类土和岩石的工程地质性质时，应该考虑其微结构（microstructure）以来，各国的学者陆续对土体变形破坏与其微结构的关系进行了多方面的研究。沈珠江院士指出：土体结构性的数学模型是 21 世纪土力学的核心[22]，并提出砌块体和改进二元介质模型。谢定义提出了简明、实用的结构性参数—综合结构势，他认为土结构性研究的根本任务在于寻找一个能全面反映土颗粒的排列特征和联结特征的定量化指标。它应该同时与土的变形强度具有密切的联系，以建立和描述它们之间的基本规律[23]。

目前，比较有影响的微观结构模型主要有两类：一类是由 Bat-dorf 和 Budiansky(1949)创立的经典塑性滑动理论发展形成的重叠片和微滑面模型,该模

型是从土的微观结构角度建立起来的，比较受到国外土力学界的重视[24]；第二类为 Cundall(1971)和 Strack(1979)建立的颗粒模拟模型，近年已应用到了水泥、纤维和砂等复合材料的本构关系模型中[25 26]。国内，施斌博士曾利用上述第一类微观力学模型建立了各向异性粘性土(软土)蠕变的微观力学模型，取得了较好的拟合结果[27]。

此外，胡瑞林、吴义祥,老一代的学者张宗枯、王幼麟、谭罗荣、程昌柄等都在土微结构及强度、本构模型研究方面做出了很多有价值的工作[28-29]。洪宝宁分别对粘性土、水泥土、生态土在连续荷载作用、侵蚀环境下的微细结构变化与抗剪强度指标的关系进行了较为系统深入的研究，试图解释宏观力学特性的内在结构机理[24]。

粘土颗粒（多由矿物或矿物集合体构成）是土结构的基本组成单元，可能成为结构应力的载体和传递媒介，也有可能成为结构稳定性的空间抗体。苏联土力学研究者曾在 1936 和 1955 年分别对土样每平方厘米施加数吨、甚至数十吨的压力，粘土矿物晶体并未出现明显裂痕。前述 Morgenstern 对高岭土跨尺度微观结构的实验分析也显示变形发生在颗粒之间而没有发生颗粒内部的破坏[14]，由此推出，粘土力学性能上的差异并不主要由单体矿物成分引起，而取决于矿物集合体，尤其是颗粒间的接触形式。这里的接触形式是指颗粒间结合物的物理力学性质和几何特征。Osipov 等认为，只有颗粒间作用力性质才能反应颗粒连接的本质。由此，他主张以颗粒间距离和作用力的强弱为依据划分颗粒连接类型并以此量化粘土结构特性[30]。

陈涛等用高分辨透射电镜分析粘土矿物微结构[31]。廖义玲、周训华、高国瑞等用能谱仪和扫描电镜对红粘土进行微结构分析，证实红粘土矿物基片之间连接牢固，红粘土的剪切破坏源于矿物颗粒（即粒团，几十上百个粘土矿物基片的聚集体）间结构连接的破坏[32-33]。这一结论还被他们成功用于红土和海相沉积粘土工程实践[34]。朱立军等运用 X 射线衍射、红外光谱、差热、透射电镜和扫描电镜等方法对贵州碳酸盐岩红土中的粘土矿物进行了系统研究，并根据红土微结构特征，讨论了粘土矿物的形成机理和演化序列[35]。

而且，粘土矿物是层状硅酸盐矿物，矿物由有序排列的原子、离子组成,它的许多物理性质和化学性质都与数量相对较少并参与化学成键的外层电子的行

为有关。化学键与结构相结合可以解释矿物的物理性质[36]。Nadean 等（1983）[46]Lee 和 Peacor（1984）[47]等研究发现粘土颗粒极其细小且有相对稳定的成分，粘土的蚀变不是通过结构改变而是通过溶解和替代实现的，如泥岩中蒙脱石-伊利石的转化，与我们发现三峡地区滑坡滑面及邻近面粘土成分的演化是吻合的[4,20-21]。

在最近的岩土微结构研究中，K.C.Bennett 等通过纳米压痕实验与扫描电镜等方法定量分析了页岩的纳微观的力学特性、各向异性以及非均质性[37]。J.Iqbal 等对罗家嘴滑体样品进行环剪试验，通过 SEM 观察试样剪切过程的微结构，发现剪切使土体由蜂巢结构转化为层状结构，而这些剪切结构是由层状黏土聚集体形成的，并具有良好的定向[38]。M. Schäbitza 等对甘肃南部 3 处滑坡滑坡样品的显微结构、矿物组成和纹理进行了研究，指出摩擦系数极低的石墨和叶蜡石的出现对降低滑坡的摩擦强度尤为重要，同时发现黏土质滑动带材料中的黏土颗粒尺寸减小现象主要是由于力学磨损造成的，而滑带土中的方解石和石英颗粒尺寸减小是由于压力溶蚀和破碎作用造成的，文章还首次报道了在滑坡局部剪切带硅酸盐的优先取向[39]。Sho Kimura 等对石英砂进行高竖向应力作用下的环剪试验，发现在低应力条件下总孔隙率无明显减小，而高应力条件下总孔隙率变化剧烈，在进一步的孔隙结构和颗粒级配的观察中，发现孔隙直径和颗粒尺寸控制着试样渗透性的变化[40]。汤文等通过压汞试验分析了滑带土孔隙结构，发现孔隙以小孔和过渡孔为主[41]。这些研究充分说明了土体的微观结构与其宏观力学性质的相关性。

同时，新近的研究仍致力于黏土矿物对滑带土的强度影响。吴瑞安等通过 X 射线衍射扫描电镜发现向城小学滑坡软弱夹层中的主要黏土矿物为伊利石和伊利石-蒙脱石混层矿物，其微观结构以片状为主，部分呈层状定向排列[42]。周春梅等通过 X 射线衍射发现滑带土中蒙脱石含量较高，通过 SEM 图像显示，矿物有明显的定向排列特征，矿物间微裂缝、微孔隙发育程度高[43]。赵宇、陶叶青对滑带及邻近面组分，滑带地下水溶液中离子含量变化进行分析，讨论了滑带的水土化学作用，并通过实验室浸泡实验探讨了不同赋存环境对滑带土的影响[44-45]。

Changqun Zuo 等通过 XRD、直剪试验、SEM 对凝灰岩残积土在不同含水量条件下进行试验，发现土体中黏土矿物富集，主要为蒙脱石和伊利石，以层状结

构为主，同时指出含水量和干湿循环条件对土体结构影响显著，认为主要是由于水敏矿物引起土壤崩解造成的[46]。Shuai Zhang 等将红层软岩滑坡样品浸泡在蒸馏水中，发现黏土矿物颗粒从面-边接触、面-面转变为边-边和面-边接触，导致黏土矿物变得疏松多孔，认为伊利石颗粒的水膜厚度增加和晶格膨胀为滑坡破坏的基本机理[47]。

上述的实验分析没有反应出滑面、邻近面矿物成分、结构在空间的分布及变化情况，因而无法还原滑面矿物演化路径。为此，本文采取新鲜未发生后期风化滑带土，原位分析滑面、邻近面元素、矿物成分、结晶度、孔隙及其空间分布差异，以期揭示滑面形成的物理路径。

2 地质背景

红层是砂岩、泥岩、和页岩互层组成的陆相沉积岩层的总称，色调偏红，红层在我国西南、西北、华中及华南地区广泛分布。西南地区的红层是中国分布最广泛、最有代表性的红层, 以侏罗系和白垩系的地层为主。特殊的互层结构和软弱夹层泥、页岩对水的敏感性，使红层成为典型的易滑地层。在四川盆地中部、盆地边缘的低山丘陵区（包括重庆三峡地区）、中高山区的攀西、滇西红层分布区，雨季经常发生数量众多的滑坡灾害[48-50]，常常造成严重的生命财产损失。此外，在基础设施建设工程中,人工开挖和路堤填筑也经常诱发规模较大的红层滑坡灾害[51-52]， 影响工程建设的正常进行。要想防控红层地区滑坡灾害的损失，本文拟在前人研究基础上，基于跨尺度的理论和方法，揭示红层滑坡发生发展路径和机理，为滑坡灾害预测方法、防治措施奠定理论基础。

采样：

采样点位于四川省成都市郊县大邑县乡但家沟，斜坡是侏罗纪红层砂泥岩互层顺层坡，中等风化。滑坡前缘高程为 547.80m，后缘高程为 676.60m，相对高差 128.80m，平均坡度为 27°，基岩产状为 270°∠29°。层间和垂直层面方向沿节理形成风化带夹杂较厚裂隙粘土，在前期二十多天的降雨的诱发下，于 2018 年 8 月 19 日发生了滑坡。

图 1 但家沟滑坡全景

Picture 1. Danjiagou Landslide



图 2 但家沟滑坡滑面采样点分布图

Fig. 2. Detailed maps, field photographs and optical images of thin section of investigated (a)

Danjiagou Landslide , (b) ??and (c) ??? landslides. The yellow circles with numbers indicate sample position and sample number. Sample D6 was taken outside of the profile. (For interpretation of the references to colour in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)

3 实验方法

3.1 样品制备：

现场采取未经后期风化新鲜滑面及其邻近面样品，室内自然干燥。由于电镜观测的需要和干燥粘土不导电的特点，对样品表面进行氩离子抛光并镀导电 Pt 层。利用磁控溅射镀膜机 Lab 18 对经氩离子抛光后的样品镀导电铂金（Pt）层，抛光面积约为 0.5cm×0.5cm。

3.2 实验设备、原理及参数

为了对滑面、邻近面进行原位 2D、3D 结构及成分分析，本文主要利用 Helios Nano Lab-650 聚焦电子束扫描电镜(FIB-SEM)、 AMICS 全自动矿物分析软件和 Avizo Fire 软件。

FEI Helios 650 系列双束扫描电镜（FIB—SEM）使用镓离子束对实验样品进行连续切割，在切割过程中使用电子束对切割截面成像，成像电压为 5kV，最高分辨率可达 0.8nm，为便于后续分析本次实验采用背散射模式（BSE）来进行扫描成像。此外，该设备还搭载 EDAX 能谱仪以便进行矿物组成表征，可选用的模式有点扫描、线扫描和面扫描三种，加速电压为 15～30kV，死时间为 20%～40%。

AMICS（Automatic Mineral Identification and Characterization System）软件是根据采集的试样元素组成的能谱数据与软件内的矿物数据库进行对比以实现矿物种类的识别，还可结合电镜的高分辨率扫描电镜图像以确定各矿物组分的空间分布情况。

Avizo Fire 是先进的三维可视化和分析应用软件,能够对 FIB-SEM 设备采集的扫描电镜图像进行集成以实现样品的三维结构重建，然后基于各矿物组分及孔隙的灰度值的不同实现对重建结构的结构参数提取，获得滑面、邻近面矿物成分、结构及孔隙率空间分布情况。

3.3 实验步骤

首先选择具有代表性的样品切割成大小合适的薄片，使用氩离子对表面进行抛光处理。由于实验样品为土样，具有不导电的特点，因此在抛光面的表面喷涂薄薄的金层以增强其导电性，以便使用电镜进行感兴趣区域选择，再将处理好的样品用导电胶固定在样品台上。

然后将样品放入聚焦离子双束扫描电镜样品室内，并进行抽真空作业。然后采用 MAPS 模式在样品表面选择感兴趣区域，目标区域一般为 10μm*10μm。调整样品台的位置，使样品与离子束垂直，同时在感兴趣区域表面喷涂铂金层，以防离子束对该区域造成破坏。然后使用离子束在感兴趣区域内对拟成像区域的前端及两侧进行刻蚀，以形成“鼻尖”用于之后的三维结构成像（如图 1）。

在切割之前，先要在感兴趣区域附近用离子束做一个“X”型标记，以便在切割过程中离子束的对齐。接下来进行的 3D 成像+EDS（FIB-SEM+能谱）是基于电子束与离子束共同作用的结果，根据实验目的利用离子束每间隔 10nm 切割一次，使用电子束对切割暴露出的截面进行背散射电子成像。经多次重复“切割-成像”过程，得到 500 帧扫描电镜背散射电子图像。获得的能谱数据自动导入 AMICS 软件中，进行滑面与邻近面的矿物成分确定。将 500 帧背散射扫描电镜图像利用 Avizo Fire 软件重建三维结构，依据 AMICS 的分析结果、灰度值差异和图像处理工具进行滑带土矿物成分、含量、特征矿物面积、体积和孔隙面积及体积占比测算。

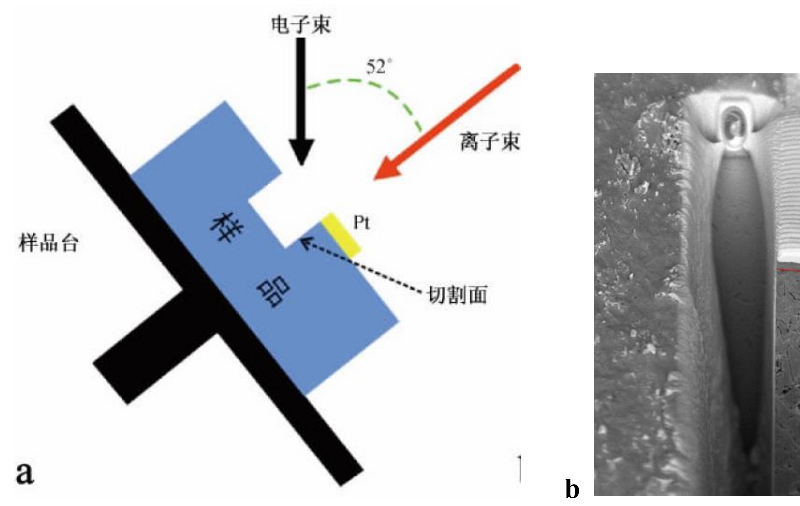
本实验打破了过去只能对滑面、邻近面提取粉末进行成分分析，无法进行原位成分、结构分析的局限，对滑带土进行三维形貌及能谱分析，实现了对滑带土粘土矿物成分、含量、微结构及其孔隙的空间分布进行原位分析。这对滑坡发生机理的研究是实验技术上的突破。

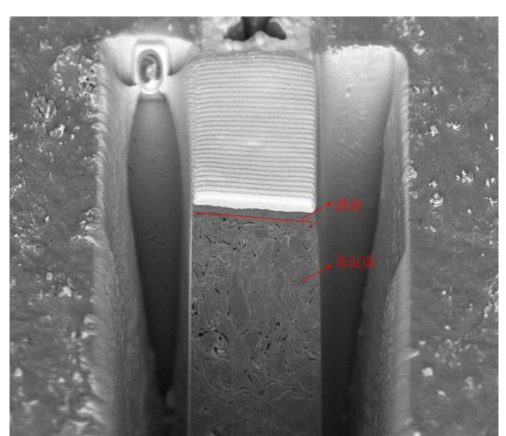
4 结果

4.1 滑带土结构、成分三维形貌扫描电镜图像

对切割出来的图 1 所示的“鼻尖部分”每间隔 10nm 连续切割、成像 500 次，形成了一系列的 SEM 图像，清晰的呈现滑带土的结构、成分和孔隙分布情况。图 1b 是刻蚀出的滑带 “鼻尖”部分的三维立体图，图 1c 为该部分的侧视图。由图可见滑带土清晰的立体图像，并显示滑面、邻近面清晰的界面和两部分结构的差异。滑面宽度约在 1.2-4.9μm，滑面、邻近面间有明确分界，滑面物质结构

致密，孔隙较少；相反，邻近面孔隙较多，结构疏松、孔隙率较大。



b


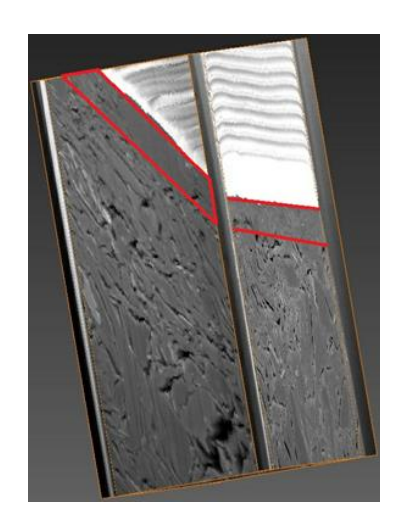


图 3　FIB-SEM 技术原理示意图及滑带土体试样三维立体图

a: FIB-SEM 切割和成像的原理图。其中离子束切割试件，电子束成像; b: 滑带土体试样切割出“鼻尖”部分背散射三维成像图; c 背散射模式下切割样品侧视图，红色方框内为滑面，其余部分为邻近面

Fig.3 a: Schematic diagram of the sectioning and imaging procedure in a FIB-SEM system. The FIB is useding for sectioning and electron beam for imaging; b: ？？BSE image of a site on a shale surface prepared in cross section. C:

图 2a 为实验中所获得的一系列扫描电子图像，包括样品的二次电子像（SE，图 2a）和背散射电子像（BSE，图 2b），两者用途不同，前者能更好的展现物体表面结构，更有助于形貌方面的研究，后者能够显示物体原子序的差异，在图片上展现成分的差异。

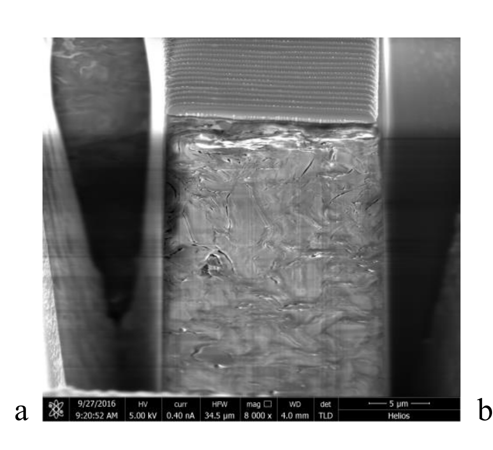
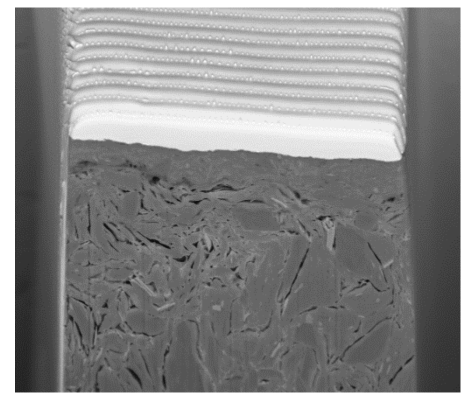
a 
b 

图 4 图 2.a 滑带样品二次电子（SE）像;b 滑带样品背散射（BSE）电子像

对所得 SEM 图像导入三维重构软件 AVIZO 进行重构，分别得到各组分系列图像及三维立体重构图，见图 3.a。图 3.b 黄色代表方解石，绿色代表孔隙，灰白色代表其余成分（基体）。

a 

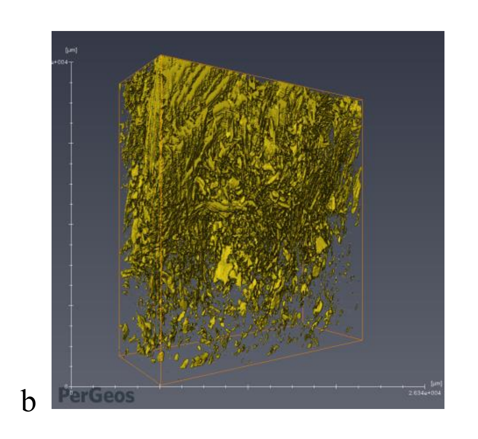
b 

图 5　a 黄色部分：方解石；绿色：孔隙；灰白色：基体（其它成分）

将三维图进行透明化处理，即消除其它成分的信息，可以更加清楚直观显示滑带土中所要分析成分或孔隙的空间分布状态和体积含量比。图 3b 为滑带土中方解石的空间分布状态和体积占比。

这样，我们可以测算出滑带土中各种成分的体积占比，包括孔隙的体积占比。

表 1 滑带土成分体积占比

成分	体积比	各成分体积/nm^3	总体积/nm^3
孔隙体积	0.0668622	1.53E+11	
基体	0.806288	1.85E+12	2.30E+12
方解石	0.12685	2.91E+11	

4.2 滑带土孔隙率分布情况

根据三维立体结构重建和孔隙测算，宽 17 微米，高 19 微米，厚 500 微米的立方滑带土体内，共含有 22408 个孔隙，孔隙长、宽、面积和体积数据见附件 2，其中最大和最小孔隙分别见表 2：

表 2 滑带土最大、最小孔隙长、宽、表面积、体积

孔隙	长(nm)	宽(nm)	面积(nm^2)	体积(nm^3)
最小孔隙	21.0213	18.5368	674.998	3201.21
最大孔隙	8138.31	3211.4	8.36E+07	4.10E+09

利用 PerGeos Fire 软件，根据三维测试结果，得出基底空间分布状态（图 4a）和孔隙空间分布状态（图 4b），并计算出滑面孔隙率是 0.0331（蓝色部分），邻近面是 0.0754（紫色部分）。

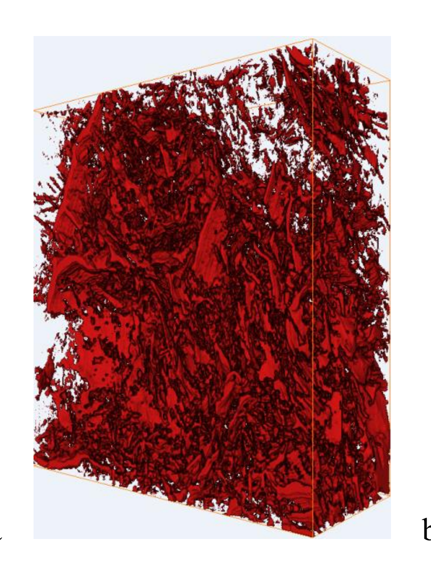
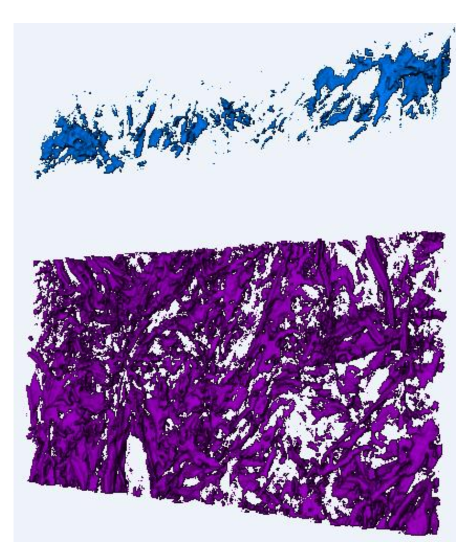
a  b 

图 6 滑带土基底（a）及孔隙（b）空间分布状态

4.3 能谱数据分析:

抛光后的样品表面平整，矿物的自生形态消失，仅能通过灰度对矿物间的区别进行粗略的区分。结合 X 射线能谱对微区元素分析的结果，依据矿物原子比例的唯一性，可以更加准确的确定样品中矿物和孔隙的点、线、面和体积的分布[53]。

实验得到微区内元素的特征谱线主要为 Kα 线和 Kβ 线，Kα 线代表的是原子核外 L 层处于激发态的电子跃迁到 K 层，损失能量后释放出的特征 X 射线；

Kβ线代表的是原子核外 M 层处于激发态的电子跃迁到 K 层，损失能量后释放出的特征 X 射线。由于 Kβ线比 Kα线强度低，所以一般依据 Kα线的强度来进行元素含量计算。

本次实验过程中在 4 个不同截面上进行了 13 次线扫描，扫描中各测量点之间的间距为 100nm。蒙脱石颗粒大小约为 2-5μm，该线扫描密度能满足基于特征元素的矿物组分分析的要求。记录主要元素的信号强度，以此反应这些元素的相对含量沿垂直滑面与邻近面的空间变化趋势。

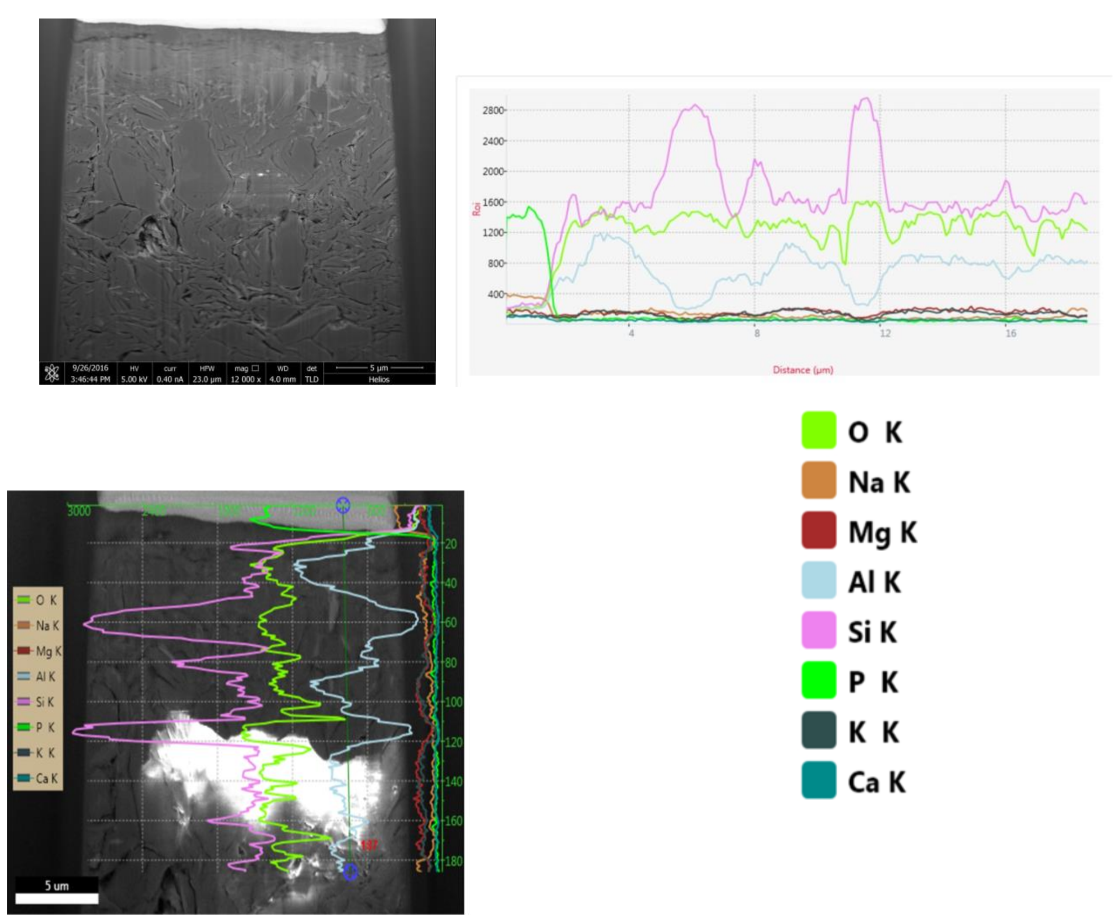
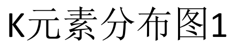
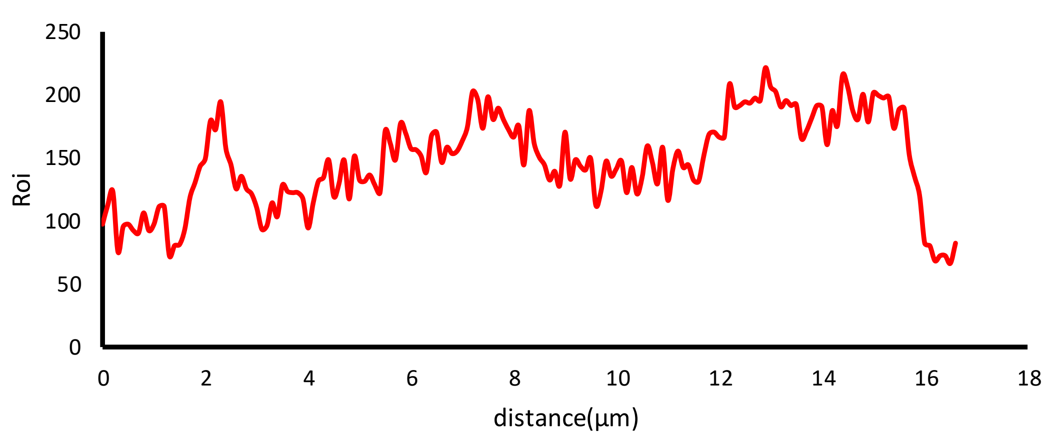


图 7　a SE 电镜照片；b 能谱仪线扫描结果；　c 点扫描含量数据 d 主量元素图例

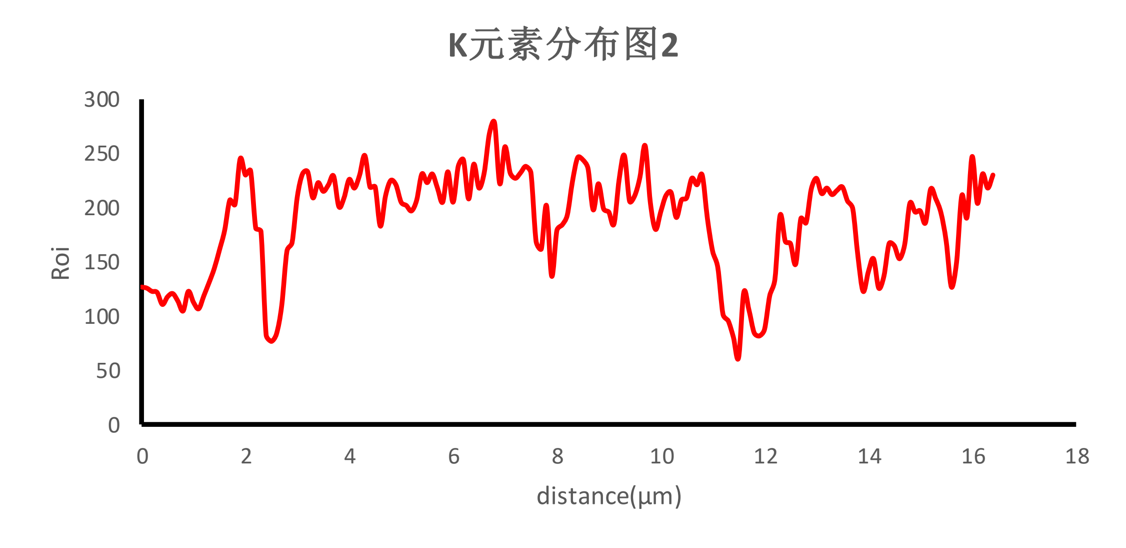
为揭示垂直滑面方向矿物的变化趋势，而钾和钠元素分别为伊利石和蒙脱石的特征元素，故单独对钾元素、钠元素相对含量信息进行分析。



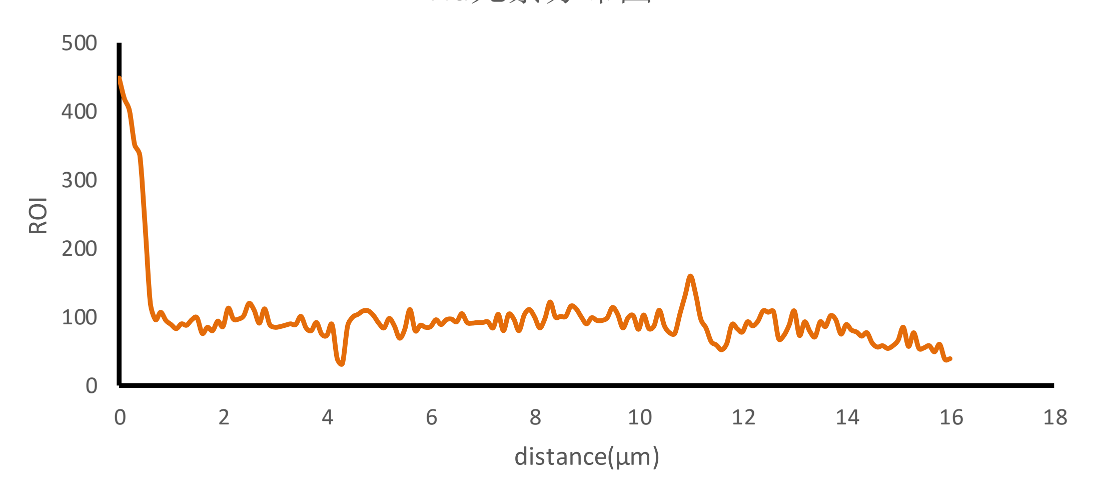


图中 Roi 为感兴趣区强度，distance 为测值点距滑面表面距离。

在钾元素分布图 1 中，前 1.3μm K 含量的波动较小，在 1.3μm~2.3μm 处 K 含量显著增高，从图中可以看出前 1.3μm 的 K 含量的平均值明显低于 2.3μm 之后的平均值。



在钾元素分布图 2 中，前 1.1μm K 含量的波动较小，在 1.1μm~2μm 间 K 含量有显著的上升，2μm~2.5μm 处 K 却又明显的下降，2.5μm~3.2μm 间又回升，从 SEM 图像中可以看出，2μm 处存在有一条微裂隙，该 K 含量变化趋势，疑似由矿物组分的变化引起。从总体趋势上看，前 1.1μm 的平均 K 含量明显低于 3.2μm 之后的平均 K 含量。



Na 元素的分布图上可以看出 Na 含量有一个先急速下降然后再平稳波动的现象。从图像中可以看出滑面部分的 Na 元素含量远高于邻近面的含量。

借助能谱仪我们对滑面、邻近面间隔 1 微米做 13 条线扫描，定量分析滑面、邻近面元素、矿物成分空间分布情况：实验图像和数据以明确清晰的物理图像证实我们的推测：厚度<5 微米的滑面上、蒙脱石明显富集，邻近面上伊利石含量大。

5 结论和讨论

滑带土（滑面、邻近面）FIB-SEM 图像和能谱仪数据、曲线显示：

1 滑面和邻近面结构亚微米尺度上差别明显，宏观目视的浆体状的滑面在微米尺度上显示结构致密孔隙较低，而且存在明显的水平定向性，微米尺度上犹如一层水平层状细腻浆体覆盖于无定向分布的邻近面上；

滑面、邻近面扫描电镜照片、能谱仪、SB、BSE 照片显示：滑面厚度约 3.319 微米（米），与邻近面相比，滑面的结构更加致密，孔隙率和孔隙尺寸都较小。说明滑面强度降低不是孔隙率变化导致的，强度的降低与孔隙率关系不大，而是粘土成分变化的缘故。

2 对滑面厚度进行测量并标识，见 Fig.1-13，共十四个测试点，分别进行点、线、面元素和矿物成分分析测试；

3 根据元素比例可以计算出：滑面蒙脱石明显高于邻近面，邻近面伊利石明显高于滑面；蒙脱石、伊利石的分布于滑面、邻近面的微观结构分界面基本吻合，个别的差异不明显；

6 结论及下一步的工作

本文利用依据矿物原子比例的唯一性， 识别矿物种类，并利用 X 射线衍射仪、能谱仪确定矿物含量、孔隙比例及矿物、孔隙空间分布状态。

结论：应根据研究的目的和结果，得出适当的结论，并指出研究的价值和今后有待探讨的同题

岩体强度准则表达方式是岩体工程地质动力学的关键性基础理论问题。现阶段常用的岩体强度准则，多是描述破坏瞬间岩土体的抗压、抗剪或抗拉能力，未考虑岩体的渐进破坏过程；难以描述自然界及实验室岩体真实力学行为，如锦屏边坡深裂缝的形成与演化、深埋洞室开挖脆性“楔形”岩爆破坏等现象。提出能够考虑岩体渐进破坏的强度模型对该领域研究具有重要意义。

由于受目前微结构分析分辨率的限制，滑带土孔隙率的表征和定量评价技术仍不尽完善，使得对滑面、邻近面中纳米孔隙的分布、演化及其影响因素缺乏足够的认识，严重影响滑形成过程中孔隙率的作用和贡献权重，作者将通过提高纳米分析技术，建立一套滑带土粘土矿物成分含量、孔隙的定量表征方法，并以此为基础开展滑带土内滑面、邻近面纳米孔隙结构、成因、控制因素及其演化特征等方面的研巧，试图为页岩气和煤层气的储集机制提供理论依据。

我们认为：滑带土中，成分和结构的图像研究证实，滑面形成，经历了钾离子的流失和层间水的吸附，结合我们滑坡现场地下水和滑面、邻近面矿物 X-射线衍射数据和孔隙在滑面、邻近面的分布变化情况，我们有理由确定：伊利石层间钾离子的流失是滑带土内部矿物演化最重要的过程，也对滑面的形成起着决定性的作用。

未来，项目组将加强 3 个方面的研究

1 滑面、邻近面图像分析技术

借助高分辨率的特点及横切面分析、相分析和粒度分析等分析手段，加强滑带土微区观察分析技术，进一步完善滑面、邻近面矿物种类和含量、孔隙大小、形状、分布及颗粒的接触情况等信息，针对滑面、邻近面面孔率的变化和分布，揭示孔隙在滑带土中的分布及变化情况，以及矿物演化动力学机理分析，为滑面形成机理的定量化研究奠定基础；

2 存在的问题解决思路：

但由于研究工作处于起步阶段，尚未有足够的数据阐明不同的矿物成分及其演化过程影响滑面强度的过程和程度。

微观图像分析技术日新月异，我们的研究一直尽最大努力在提高测试精度和定量化分析上下功夫，相信随着仪器精度的提高及数据解释方法的改进，下一年度我们用 FESEM-BIB 研究滑带土中邻近面向滑面转化过程中矿物种类、含量、孔隙的变化情况，并对其颗粒形状、粗糙度、颗粒间连接力、孔径分布，面孔率，孔面积等进行了定量统计。ＦＥＳＥＭ－Ｆ扭结合截面制备与观察，能保证截面的平整度与图像高分辨率，更快速更自由的对兴趣点进行深入观察，并能根据需要对一定区域进行二维观察或Ｈ维重构。

滑带土图像分析技术在揭示滑面形成路径方面无疑有直观、可靠的优势，但是，目前的研究还停留在定性阶段，未来，我们希望将定量与三维表征相结合，提高滑带土图像学研究获取信息量的能力和量化质量，将滑带土图像学信息与其形成动力学机理等理论问题结合，建立滑带土图像学评价流程，从直观的物理意义出发，建立滑面形成跨尺度机理模型。

本文主要目的是试图通过对滑带土（滑面、邻近面）中粘土矿物成分、含量、结构及其分布变化特征的图像解析和数据分析，建立精细检测和定量评价粘土强度演化的新方法，揭示滑面形成、演化机制及其控制因素，进而阐明成分、结构对粘土力学行为影响机制。

实验数据和图像说明：滑面矿物成分和含量以及孔隙率的空间分布差异反应出滑带土中有明显的滑面、邻近面分层，滑面、邻近面矿物成分存在明显差异，为滑面形成路径和机理分析提供了清晰地物理图像和可靠的测试数据。但是，由于矿物颗粒细小，导电率低，使得二次电子像无法清晰展现滑带土表面结构，影响对其形貌结构和胶结物成分、颗粒间连接状态等方面的研究，背散射电子像（BSE）灰度差异也不明显，未能明确显示物体原子序的差异，下一步工作还需要进一步提高设备空间分辨率和灰度的差异，完成滑面、邻近面矿物成分的差异分布分析

1. R.E.格里姆, *黏土矿物学*. 地质出版社: 北京, 1960.
2. B.И.奥西波夫, *粘土类土和岩石的强度与变形性能的本质*. 第一版 ed.; 地质出版社: 北京, 1985.
3. 范镜泓, *材料变形和破坏的多尺度分析*. 科学出版社: 北京, 2008.
4. Zhao, Y.; Hu, L.; Cui, P.; Hueckel, T., *EVOLUTION OF SHEAR STRENGTH OF CLAYEY SOILS IN A*

LANDSLIDE DUE TO ACID RAIN: A CASE STUDY IN THE AREA OF THREE GORGES, CHINA. 0002.
5. Shuzui, H., Process of slip-surface development and formation of slip-surface clay in landslides in Tertiary volcanic rocks, Japan. *Engineering Geology* **2001,** *61* (4), 199-220.
6. 严春杰; 唐辉明; 孙云志, 利用扫描电镜和 X 射线衍射仪对滑坡滑带土的研究. *地质科技情报* **2001,** *20* (4), 89-92.
7. 刘涛, 田., 赵宇, 高涛, Swelling of K+, Na+ and Ca2+ montmorillonites and hydration of interlayer cation: A molecular dynamics simulation. *中国物理 B* **2010,** *19* (10), 109101-109101.
8. 张加桂; 曲永新, 三峡库区泥灰质岩石及其残坡积土化学成分及粘土矿物的定量研究. *地质论评* **2005,** *51* (2), 219-224.
9. 徐则民，黄润秋，唐正光，王苏达, 粘土矿物与斜坡失稳. *岩石力学与工程学报* **2005,** *24* (5), 2-13.
10. 张永双; 曲永新; 吴树仁; 谭成轩, 秦岭北缘仙游寺粘土(膨胀土)的发现及初步研究. *现代地质* **2004,** (03), 383-388.
11. 曲永新; 张永双; 陈情来, 陕北晋西黄土滑塌灾害的初步研究--以西气东输工程为例. *工程地质学报* **2001,** *9* (3), 233-240.
12. Skempton, A. W., Long-Term Stability of Clay Slopes. *Géotechnique* **1964,** *14* (2), 77-102.
13. 周平根, 滑带土强度参数的估算方法. *水文地质工程地质* **1998,** (06), 32-34+60.
14. Morgenstern, N. R.; Tchalenko, J. S., Microscopic Structures in Kaolin Subjected to Direct Shear. *Geotechnique* **1967,** *17* (4), 309-328.
15. 杨和平; 曲永新; 郑健龙, 宁明膨胀土研究的新进展. *岩土工程学报* **2005,** (09), 981-987.
16. 徐则民; 黄润秋; 唐正光; 费维水, 岩体化学风化的非连续性及其科学意义. *地球科学进展* **2006,** (07), 706-712+767-768.
17. Wen, B. P.; Aydin, A., Microstructural study of a natural slip zone: Quantification and deformation history. *Engineering Geology* **2003,** *68* (3), 289-317.
18. Bai, X.; Smart, R., Change in microstructure of kaolin in consolidation and undrained shear. *Géotechnique* **1997,** *47* (5), 1009-1017.
19. 张显, 结构面中粘土矿物的富集对其强度影响的试验研究. *现代矿业* **2011,** *27* (05), 87-89.
20. 赵宇; 崔鹏; 胡良博, 黏土抗剪强度演化与酸雨引发滑坡的关系——以三峡库区滑坡为例. *岩石力学与工程学报* **2009,** *28* (03), 576-582.
21. Zhao, Y.; Cui, P.; Hu, L.; Hueckel, T., *Multi-scale chemo-mechanical analysis of the slip surface of landslides in the Three Gorges, China*. 2011; Vol. 54, p 1757-1765.
22. 沈珠江, 土体结构性的数学模型——21 世纪土力学的核心问题. *岩土工程学报* **1996,** (01), 95-97.
23. 谢定义; 齐吉琳, 土结构性及其定量化参数研究的新途径. *岩土工程学报* **1999,** (06), 651-656.
24. 洪宝宁，刘鑫, *土体微细结构理论与试验*. 科学出版社: 北京, 2010.
25. Cundall, P. A., *A computer model for simulating progressive, large scale movements in rocky block systems*. 1971.
26. Cundall, P. A.; Strack, O. D. L., A discrete numerical model for granular assemblies. *Géotechnique* **1979,** *29* (1), 47-65.
27. 施斌; 李生林; M.Tolkachev, 粘性土微观结构 SEM 图象的定量研究. *中国科学(A 辑 数学 物理学 天文学 技术科学)* **1995,** (06), 666-672.
28. 胡瑞林; 李向全; 官国琳; 王思敬, 土体微结构力学——概念·观点·核心. *地球学报* **1999,** (02), 38-44.
29. 吴义祥. 工程粘性土微观结构的定量研究. 博士, 中国地质科学院, 1988.
30. Osipov, Y. B.; Sokolov, B. A., Quantitative characteristics of clays fabrics using the method of magnetic anisotropy. *Bulletin of the International Association of Engineering Geology - Bulletin de l'Association*

Internationale de Géologie de l'Ingénieur **1972,** *5* (1), 23-38.
31. 陈涛; 王河锦, 天津蓟县长城系串岭沟组伊利石微结构特征. *中国科学(D 辑:地球科学)* **2007,** (07), 894-899.
32. 廖义玲，余培厚, 红粘土的微结构及其概化模型. *工程地质学报* **1994,** (01), 27-37.
33. 周训华; 廖义玲, 红粘土颗粒之间结构连结的胶体化学特征. *贵州工业大学学报(自然科学版)* **2004,** (01), 26-29.
34. 高国瑞, 微结构分析在滨海软土地基勘察中的初步应用. *勘察科学技术* **1985,** (02), 14-19.
35. 朱立军; 傅平秋; 李景阳, 贵州碳酸盐岩红土中的粘土矿物及其形成机理. *矿物学报* **1996,** (03), 290-297.
36. James K. Mitchell, K. S., *Fundamentals of Soil Behavior, 3rd Edition*. Wiley: New York, 2005.
37. Bennett, K. C.; Berla, L. A.; Nix, W. D.; Borja, R. I., Instrumented nanoindentation and 3D mechanistic modeling of a shale at multiple scales. *Acta Geotechnica* **2015,** *10* (1), 1-14.
38. Iqbal, J.; Dai, F.; Hong, M.; Tu, X.; Xie, Q., Failure Mechanism and Stability Analysis of an Active Landslide in the Xiangjiaba Reservoir Area, Southwest China. *Journal of Earth Science* **2018,** *29* (03), 646-661.
39. Schabitz, M.; Janssen, C.; Wenk, H. R.; Wirth, R.; Schuck, B.; Wetzel, H. U.; Meng, X.; Dresen, G., Microstructures in landslides in northwest China - Implications for creeping displacements? *Journal of Structural Geology* **2018,** *106*, 70-85.
40. Kimura, S.; Kaneko, H.; Noda, S.; Ito, T.; Minagawa, H., Shear-induced permeability reduction and shear-zone development of sand under high vertical stress. *Engineering Geology* **2018,** *238*, 86-98.
41. 汤文; 姚志宾; 李邵军; 孙钱程, 水化学作用对滑坡滑带土的物理力学特性影响试验研究. *岩土力学* **2016,** *37* (10), 2885-2892.
42. 吴瑞安; 魏云杰; 冀承蕾, 三峡库区软硬互层岩质滑坡变形机制分析——以云阳向城小学滑坡为例. *灾害学* **2018,** (2).
43. 周春梅; 赵子鹏; 鲁阳, 含水量对滑带土强度变形参数及滑坡稳定性的影响. *防灾减灾工程学报* **2016,** *v.36* (2), 213-219.
44. 赵宇. 滑面力学化学形成机理的实验研究. 中国科学院研究生院, 2005.
45. 陶叶青. 红层地区滑坡滑带处水—岩(土)化学作用研究. 成都理工大学, 2017.
46. Zuo, C.; Liu, D.; Ding, S.; Chen, J., Micro-characteristics of strength reduction of tuff residual soil with different moisture. *Ksce Journal of Civil Engineering* **2016,** *20* (2), 639-646.
47. Zhang, S.; Xu, Q.; Hu, Z., Effects of rainwater softening on red mudstone of deep-seated landslide, Southwest China. *Engineering Geology* **2016,** *204*, 1-13.
48. 程强; 寇小兵; 黄绍槟; 周永江, 中国红层的分布及地质环境特征. *工程地质学报* **2004,** (01), 34-40.
49. 王少东, 四川雨季滑坡规律的初步探讨. *滑坡文集(3)* 1984, p 32~44.
50. 孔纪名，陈自生，川东 89.7 暴雨过程中的红层滑坡. *滑坡文集(9)* 1989, p 36~42.
51. 成昆铁路技术总结委员会, *成昆铁路——第二册（线路、工程地质及路基）*. 人民铁道出版社: 北京, 1980.
52. 程强，黄绍槟，张辉等 *红层软岩地区公路环境特性及公路病害调查研究*; 四川省交通厅公路规划勘察设计研究院: 成都, 2003.
53. 周尚文; 薛华庆; 郭伟, 基于扫描电镜和 X 射线能谱的页岩矿物分析方法. *中国石油勘探* **2017,** *22* (06), 27-33.